

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11)

Numéro de publication:

0 362 086
A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21)

Numéro de dépôt: **89420361.1**

(51)

Int. Cl.⁵: **C22C 21/02 , C22F 1/043**

(22)

Date de dépôt: **21.09.89**

(30)

Priorité: **26.09.88 FR 8812982**

(43)

Date de publication de la demande:
04.04.90 Bulletin 90/14

(84)

Etats contractants désignés:
AT BE CH DE ES FR GB GR IT LI LU NL SE

(71)

Demandeur: **PECHINEY RECHERCHE**
(Groupement d'Intérêt Economique régi par
l'ordonnance du 23 Septembre 1967)
23, rue Balzac
F-75008 Paris(FR)

(72)

Inventeur: **Faure Jean François**
21, rue Général Ramvaud
38500 Voiron(FR)

(74)

Mandataire: **Vanlaer, Marcel et al**
PECHINEY 28, rue de Bonnel
F-69433 Lyon Cédex 3(FR)

(54)

Procédé de fabrication de pièces en alliage d'aluminium gardant une bonne résistance à la fatigue après un maintien prolongé à chaud.

(57)

L'invention est relative à un procédé de fabrication de pièces en alliage d'aluminium qui gardent une bonne résistance à la fatigue lors de leur utilisation à chaud.

Ce procédé consiste à mettre en oeuvre un alliage contenant en poids : 11 à 26% de silicium, 2 à 5% de fer, 0,5 à 5% de cuivre, 0,1 à 2% de magnésium, 0,1 à 0,4% de zirconium et 0,5 à 1,5% de manganèse, à soumettre l'alliage à l'état fondu à un moyen de solidification rapide, à le mettre sous forme de pièces et à faire subir éventuellement à ces dernières un traitement thermique entre 490 et 520 °C suivi d'une trempe à l'eau et d'un revenu entre 170 et 210 °C.

Ces pièces trouvent leur application notamment sous forme de bielles d'axes de pistons et de pistons.

EP 0 362 086 A1

PROCEDE DE FABRICATION DE PIECES EN ALLIAGE D'ALUMINIUM GARDANT UNE BONNE RESISTANCE A LA FATIGUE APRES UN MAINTIEN PROLONGE A CHAUD.

La présente invention est relative à un procédé de fabrication de pièces en alliage d'aluminium gardant une bonne résistance à la fatigue après un maintien prolongé à chaud.

On sait que l'aluminium a notamment pour propriétés d'être trois fois plus léger que l'acier et d'avoir une bonne résistance à la corrosion. En l'alliant à des métaux tels que le cuivre et le magnésium, on améliore fortement sa résistance mécanique. Par ailleurs, l'ajout de silicium donne un produit ayant une bonne résistance à l'usure. Ces alliages dopés avec d'autres éléments tels que le fer, le nickel, le cobalt, le chrome et le manganèse, voient leur tenue à chaud améliorée. Un compromis entre ces éléments d'addition fait de l'aluminium un matériau de choix pour la fabrication de pièces pour automobiles telles que bloc-moteur, piston, cylindre, etc ...

C'est ainsi que l'EP 144898 enseigne un alliage d'aluminium contenant en poids 10 à 36% de silicium, 1 à 12% de cuivre, 0,1 à 3% de magnésium et 2 à 10% d'au moins un élément choisi dans le groupe Fe, Ni, Co, Cr et Mn.

Cet alliage est applicable à la confection de pièces destinées aussi bien à l'industrie aéronautique qu'automobile, lesdites pièces étant obtenues par la technique de la métallurgie des poudres comportant, outre la mise en forme par compactage et filage, une étape intermédiaire de traitement thermique entre 250 et 550 °C.

Si ces pièces répondent bien aux différentes propriétés énoncées ci-dessus, il en est une qui n'a pas été prise en compte, à savoir la tenue à la fatigue.

L'homme de l'art sait que la fatigue correspond à un changement permanent, localisé et progressif de la structure métallique qui se produit dans les matériaux soumis à une succession de contraintes discontinues et qui peut entraîner des fissures et même des ruptures des pièces après une application desdites contraintes suivant un nombre de cycles plus ou moins grand et ce alors que leur intensité est le plus souvent nettement inférieure à celle qu'il faut appliquer au matériau de façon continue pour obtenir une rupture par traction. C'est pourquoi les valeurs de module d'élasticité, de résistance à la traction, de dureté énoncées dans l'EP 144898 ne peuvent rendre compte de l'aptitude de l'alliage à la résistance à la fatigue.

Or, il est important pour des pièces telles que les bielles ou les axes de piston, par exemple, qui travaillent en dynamique et qui sont soumises à des efforts périodiques, de présenter une bonne tenue à la fatigue.

C'est pourquoi la demanderesse s'étant penchée sur ce problème a certes constaté que les pièces fabriquées à partir des alliages entrant dans le cadre du document sus-mentionné présentaient une résistance à la fatigue qui pouvait convenir à certaines applications mais, qu'il était possible d'améliorer notablement cette propriété en modifiant leur composition. C'est dans ce but qu'elle a mis au point des pièces en alliages d'aluminium contenant en poids 11 à 22% de silicium, 2 à 5% de fer, 0,5 à 4% de cuivre, 0,2 à 1,5% de magnésium caractérisées en ce qu'elles contiennent également 0,4 à 1,5% de zirconium.

Cette invention a d'ailleurs fait l'objet de la demande de brevet français n° 87-17674.

Toutefois, la demanderesse s'est aperçue que si le zirconium apportait une amélioration sensible du point de vue de la limite de fatigue à 20 °C, puisque celle-ci passait de 150 à 185 MPa, par contre, après un maintien de 1000 heures à 150 °C (ce qui représente en gros les conditions de travail d'une bielle à mi-vie d'un moteur), cette limite chutait à 143 MPa, soit une réduction de plus de 22%.

Poursuivant ses travaux, elle a trouvé qu'on pouvait remédier à cet inconvénient en combinant à l'action du zirconium celle du manganèse.

D'où la présente invention qui consiste en un procédé de fabrication de pièces en alliage d'aluminium gardant une bonne résistance à la fatigue après un maintien prolongé à chaud qui contiennent en poids 11 à 26% de silicium, 2 à 5% de fer, 0,5 à 5% de cuivre, 0,1 à 2% de magnésium et éventuellement des additions mineures de nickel et/ou de cobalt et qui sont caractérisées en ce qu'elles contiennent également 0,1 à 0,4% de zirconium et 0,5 à 1,5% de manganèse.

Ces fourchettes encadrent les valeurs d'ajout de zirconium et de manganèse en dessous desquelles l'effet n'est pas significatif et au-dessus desquelles soit l'ajout du zirconium n'a plus d'influence déterminante, soit l'ajout de manganèse conduit à une fragilisation de la pièce et à une chute de la limite de fatigue d'une pièce entaillée, c'est-à-dire présentant des irrégularités de surface telles que pas de vis, rayons de raccordement, etc ...

Ainsi, par rapport à la composition décrite dans la demande de brevet sus-mentionnée, on a substitué le manganèse à une partie du zirconium, ce qui d'une part permet une économie sur les matières premières : le manganèse étant meilleur marché que le zirconium, d'autre part facilite les conditions de fusion de l'alliage puisqu'un alliage binaire

contenant 1% de zirconium a une température de liquidus de 875°C alors que s'il s'agit de 1% de manganèse cette température reste voisine de 660°C.

Toutefois, outre la composition particulière de l'alliage mis en oeuvre, l'invention est également caractérisée en ce que l'on soumet l'alliage à l'état fondu à un moyen de solidification rapide avant de le mettre sous forme de pièces. En effet, comme les éléments tels que le fer, le zirconium et le manganèse sont très peu solubles dans l'alliage, il est indispensable pour obtenir des pièces répondant aux caractéristiques souhaitées d'éviter une précipitation grossière et hétérogène de ces éléments ce qu'on réalise en les refroidissant le plus rapidement possible. En outre, l'alliage est de préférence fondu à une température supérieure à 700°C de manière à éviter tout phénomène de précipitation prématurée.

Il existe plusieurs façons d'opérer cette solidification rapide :

1) On divise l'alliage fondu sous forme de fines gouttelettes

- soit par atomisation du métal fondu à l'aide d'un gaz ou par atomisation mécanique suivie d'un refroidissement dans un gaz (air, hélium, argon).
- soit par pulvérisation centrifuge ou autre procédé apparenté.

Cela conduit à des poudres de granulométrie inférieure à 400 µm qui sont ensuite, suivant les techniques bien connues de la métallurgie des poudres, mises en forme par compactage à froid ou à chaud dans une presse uniaxiale ou isostatique puis filage et/ou forgeage ;

2) On projette l'alliage fondu contre une surface métallique refroidie, suivant par exemple les techniques désignées par les Anglo-Saxons sous l'expression "melt spinning" ou "planar flow casting" et dont on trouve des descriptions dans les brevets US 4389258 et EP 136508, ou encore "melt overflow" et les techniques apparentées. On génère ainsi des rubans d'épaisseur inférieure à 100 µm qui sont ensuite mis en forme comme ci-dessus ;

3) On projette l'alliage fondu atomisé dans un courant de gaz contre un substrat, suivant par exemple les techniques encore appelées "spray deposition" ou "spray casting" dont une description est donnée dans le brevet GB 1379261 et qui conduit à un dépôt cohérent suffisamment malléable pour être mis en forme par forgeage, filage ou matriçage.

Cette liste est bien entendu non exhaustive.

Afin d'affiner davantage la structure de précipitation, les pièces après avoir été soumises éventuellement à un usinage sont traitées thermiquement entre 490 et 520°C pendant 1 à 10 heures, puis trempées à l'eau avant de subir un traitement

de revenu entre 170 à 210°C pendant 2 à 32 heures, ce qui améliore leurs caractéristiques mécaniques.

L'invention sera mieux comprise à l'aide des exemples d'application suivants : une masse d'alliage de base, contenant en poids 18% de silicium, 3% de fer, 1% de cuivre, 1% de magnésium, solde aluminium a été fondue vers 900°C puis partagée en 8 lots numérotés de 0 à 7.

Aux lots 1 à 7 on a ajouté différentes quantités de zirconium et de manganèse, le lot 0 servant de témoin.

Puis ces lots ont été traités soit par la métallurgie des poudres, soit par spray deposition :

- la gamme métallurgie des poudres (PM) comprend une atomisation dans une atmosphère d'azote de particules de granulométrie inférieure à 200 µm, puis un compactage sous 300 MPa dans une presse isostatique, suivi d'un filage sous forme de barres de diamètre 40 mm

- la gamme spray deposition (SD) utilise la technique du GB 1379261 et permet d'obtenir un dépôt sous forme d'une billette cylindrique qui est ensuite transformée en barre de diamètre 40 mm par filage.

Ces pièces sont ensuite traitées pendant 2 heures entre 490 et 520°C puis trempées à l'eau et soumises pendant 8 heures à une température comprise entre 170 et 200°C.

Sur des éprouvettes de chacune de ces pièces, on a mesuré suivant des techniques bien connues de l'homme de l'art les caractéristiques suivantes :

- le module d'Young E en GPa
- la limite élastique conventionnelle à 0,2% : R0,2 en MPa, la charge de rupture Rm en MPa, l'allongement A en %, ces mesures étant faites à 20°C puis à 150°C après 100 heures de maintien
- la limite de fatigue à 20°C au bout de 10⁷ cycles, Lf en MPa, sur des éprouvettes lisses à l'état T6 suivant les normes de l'Aluminium Association et sollicitées par flexion rotative
- la même mesure que précédemment mais après un maintien de l'éprouvette pendant 1000 heures à 150°C
- le rapport d'endurance Lf/Rm à 20°C
- la limite de fatigue à 20°C comme ci-dessus mais sur éprouvette entaillée avec Kt = 2,2
- le coefficient de sensibilité à l'entaille

$$q = \frac{K_f - 1}{K_t - 1}$$

ou Kf est le rapport de la limite de fatigue mesurée sur éprouvette lisse à la limite de fatigue sur éprouvette entaillée (l'alliage est d'autant plus sensible à l'entaille que q est élevé).

Tous les résultats de ces mesures figurent
dans le tableau suivant.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

4

Alliage de base Si 18%- Fe 3% - Cu 1% - Mg 1% - Solde Al

N°	Procédé	Ajout en	Module	Traction à 20°C	Traction à 150°C
all.		poids %	d'Young		après 100 h de maintien
	*		E(GPa)		
		Zr : Mn		RO,2(MPa) : A %	RO,2(MPa) : A %
2	SD	0,8 : 0,3	89	395	322 : 392
1	PM	1,0 : 0,0	91	390	320 : 390
5	PM	0,2 : 1,2	92	415	340 : 400
4	SD	0,4 : 0,6	90	418	335 : 397
3	SD	0,1 : 0,6	88	412	330 : 392
6	PM	0,1 : 1,4	92	410	342 : 405
0	PM	0,0 : 0,0	87	350	290 : 385
7	SD	1,0 : 1,0	93	400	328 : 392

PM : Métallurgie des Poudres

* SD : Spray deposition

N°	Limite de fatigue à 10 ⁷	Rapport	Limite de fatigue à 10 ⁷	Limite de fatigue à 10 ⁷	q=
	cycles à 20°C- Etat T6	d'endurance	cycles à 20°C- Etat T6	cycles à 20°C- Etat T6	kf-1
	lisse	Lf/Rm	lisse après 1000 h à	entaillé	Kt-1
	Lf (MPa)		150°C (MPa)	Kt=2,2 (MPa)	
2	186	0,4	148	110	0,58
1	185	0,4	143	108	0,59
5	193	0,4	177	120	0,51
4	192	0,4	170	122	0,48
3	190	0,4	168	125	0,43
6	195	0,4	175	121	0,51
0	150	0,35	120	92	0,53
7	180	0,38	140	105	0,60

De ces mesures, on déduit que si la limite de fatigue après maintien de 1000 heures à 150 °C est de 120 MPa pour un alliage ne contenant ni zirconium, ni manganèse ($N^{\circ} = 0$), l'ajout de 1% de zirconium ($N^{\circ} = 1$) fait passer cette caractéristique à 148 MPa et l'ajout simultané de zirconium et de manganèse avec une quantité moindre de zirconium ($N^{\circ} = 5$) permet d'atteindre une valeur de 177 MPa.

De plus, la présence simultanée de zirconium et de manganèse permet d'atténuer fortement la dégradation de la limite de fatigue qui se produit après maintien à 150 °C. En effet, avec l'alliage $N^{\circ} = 1$ sans manganèse, Lf passe de 185 à 143 MPa soit une dégradation de 42 MPa, alors qu'avec l'alliage $N^{\circ} = 5$ contenant 1,2% de manganèse, Lf passe de 193 à 177 MPa soit une dégradation de 16 MPa, valeur beaucoup plus faible que la précédente.

Ces mesures montrent également que ces éléments améliorent la limite de fatigue sur pièces entaillées mais que leur présence en trop grandes quantités contribue à dégrader cette caractéristique et à augmenter la fragilité. Ainsi, la valeur de cette limite passe de 100 MPa pour l'éprouvette $N^{\circ} = 0$ à 125 MPa pour l'éprouvette $N^{\circ} = 3$ (0,1% Zr - 0,6% Mn) mais chute à 105 MPa pour l'éprouvette $N^{\circ} = 7$ plus chargée en zirconium et en manganèse.

On constate ainsi que la présence simultanée de zirconium et de manganèse dans les proportions de l'invention (alliages n° 5, 4, 3, 6) conduit à un coefficient de sensibilité à l'entaille plus faible (0,51-0,48-0,43-0,51) que pour les alliages de l'art antérieur où le coefficient avoisine 0,6 mis à part l'alliage n° 0 qui par ailleurs n'est pas utilisable en raison de sa trop faible résistance mécanique.

Ainsi suivant l'invention, la combinaison zirconium-manganèse en quantités limitées et la solidification rapide de l'alliage obtenu contribuent-elles à améliorer la tenue à la fatigue que ce soit à froid ou à chaud de pièces susceptibles de présenter des irrégularités de surface comme des pas de vis ou des courbes de raccordement et qui trouvent leur application dans l'industrie automobile, notamment dans la confection de bielles, d'axes de pistons et de pistons.

Revendications

1. Procédé de fabrication de pièces en alliage d'aluminium gardant une bonne résistance à la fatigue après un maintien prolongé à chaud, contenant en poids 11 à 26 % de silicium, 2 à 5% de fer, 0,5 à 5% de cuivre, 0,1 à 2% de magnésium et éventuellement des additions mineures de nickel

et/ou de cobalt caractérisé en ce que :

-l'on met en oeuvre un alliage contenant également 0,1 à 0,4% de zirconium et 0,5 à 1,5% de manganèse,

-l'on soumet l'alliage à l'état fondu à un moyen de solidification rapide,

-l'on met le produit obtenu sous forme de pièces.

2. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que le moyen de solidification rapide consiste à diviser l'alliage fondu sous forme de fines gouttelettes.

3. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que le moyen de solidification rapide consiste en une projection de l'alliage fondu contre une surface métallique refroidie.

4. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que le moyen de solidification rapide consiste en une projection de l'alliage atomisé dans un courant de gaz contre un substrat.

5. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que l'on fait subir aux pièces un traitement thermique à une température comprise entre 490 et 520 °C, une trempe à l'eau et un revenu entre 170 et 210 °C.



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande

EP 89 42 0361

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.5)
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN, vol. 12, no. 258 (C-513)[3105], 20 juillet 1988; & JP-A-63 42 344 (HONDA MOTOR CO. LTD.) 23-02-1988 * Résumé *	1-4	C 22 C 21/02 C 22 F 1/043
X	EP-A-0 170 963 (ALLIED CORP.) * Revendications 1,2 *	1-4	
A	EP-A-0 100 287 (CNRS) * Revendication 1 *	1-4	
A	US-A-4 729 790 (D.J. SKINNER) * Revendications 1-3 *	1,5	
A	EP-A-0 005 910 (ASSOCIATED ENGINEERING ITALY SpA) * Revendication 1 *	1	
A	US-A-4 419 143 (T. ITO et al.) * Résumé *	5	
A	GB-A- 563 994 (THE NATIONAL SMELTING CO.) * Revendications 3-5 *	1	
D,A	EP-A-0 144 898 (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES LTD) * Revendications 1-5,17 *	1	
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 21-11-1989	Examineur GREGG N.R.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arriére-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			

EPO FORM 150 03.82 (P0402)